



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**  
10 **DE 199 57 906 A 1**

51 Int. Cl. 7:  
**B 29 C 70/06**  
B 29 C 70/46  
B 29 C 70/42  
B 29 C 43/18

21 Aktenzeichen: 199 57 906.7  
22 Anmeldetag: 1. 12. 1999  
43 Offenlegungstag: 28. 6. 2001

71 Anmelder:  
Schunk Kohlenstofftechnik GmbH, 35452  
Heuchelheim, DE  
  
74 Vertreter:  
Stoffregen, H., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Anw.,  
63450 Hanau

72 Erfinder:  
Ebert, Marco, Dipl.-Ing., 35094 Lahntal, DE;  
Scheibel, Thorsten, Dipl.-Ing., 61231 Bad Nauheim,  
DE; Henrich, Martin, Dipl.-Ing., 35582 Wetzlar, DE;  
Weiß, Roland, Dr., 35625 Hüttenberg, DE

56 Entgegenhaltungen:  
US 49 90 390  
WO 92 11 126 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren zur Herstellung eines Faserverbund-Bauteils sowie Vorrichtung zur Herstellung eines solchen

57 Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines zumindest einen Kreuzungspunkt oder Knoten aufweisenden Faserverbund-Bauteils. Ferner bezieht sich die Erfindung auf eine Vorrichtung zur Herstellung eines aus Faserverbund-Material bestehenden Bauteils umfassend Unter- und Oberstempel eines Presswerkzeuges sowie gegebenenfalls eine Wärmequelle, mittels der das Faserverbund-Material während Druckbeaufschlagung durch das Presswerkzeug erwärmbar ist. Um ein verzugsfreies, leicht und einfach handhabbares Bauteil mit zumindest einem Kreuzungspunkt, insbesondere Rost herstellen zu können, wird vorgeschlagen, dass ein integraler Faservorformling (Preform) mit gleicher oder im Wesentlichen gleicher Materialstärke und/oder gleichem oder im Wesentlichen gleichem Faservolumengehalt in dem zumindest einen Kreuzungspunkt und angrenzenden Abschnitten des Bauteils in eine seine Endgeometrie vorgebende oder im Wesentlichen vorgebende Form eingebracht, vor oder nach Einbringen in die Form mit einem Monomeren wie Harz oder Polymeren versehen und sodann ausgehärtet wird.

DE 199 57 906 A 1

DE 199 57 906 A 1

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines zumindest einen Kreuzungspunkt oder Knoten aufweisenden Faserverbund-Bauteils. Ferner bezieht sich die Erfindung auf eine Vorrichtung zur Herstellung eines aus Faserverbund-Material bestehenden Bauteils umfassend Unter- und Oberstempel eines Presswerkzeuges sowie gegebenenfalls eine Wärmequelle, mittels der das Faserverbund-Material während Druckbeaufschlagung durch das Presswerkzeug erwärmbar ist.

Im Hochtemperaturofen- und -anlagenbau, in der Härte- reitechnik, Sintertechnik werden vorzugsweise eine Gitter- struktur aufweisende Böden benutzt, die hochtemperaturfest sind und eine hohe mechanische Beständigkeit aufweisen müssen. Hierbei haben sich CFC (kohlenstofffaserverstärkte Kohlenstoff)-Roste bewährt. Diese werden nach dem Stand der Technik aus Streifen zusammengesetzt oder aus Platten- material mittels z. B. Wasserstrahlschneiden hergestellt. Auch sind Roste aus metallischen Hochtemperaturlegierungen in Gusstechnik bekannt.

Bei der Verwendung von CFC-Streifenmaterial muss dieses im Bereich der Schnittpunkte ausgeschnitten werden, um sicherzustellen, dass die Auflagefläche des Gitters in einer Ebene verläuft, also im Bereich der Kreuzungspunkte keine Materialverstärkungen vorliegen.

Entsprechende Arbeiten sind aufwendig und damit kosten- trächtig. Gleiches gilt für den Fall, dass aus Plattenma- terial Gitter ausgeschnitten werden, da in diesem Fall der Ma- terialabfall unerwünscht hoch ist. Die bekannten aus CFC- Materialien bestehenden Roste weisen folglich Nachteile in Bezug auf die Bearbeitungs- und Herstellungskosten sowie in Bezug auf das Fügen bei gesteckten Systemen auf.

Die diesbezügliche Nachteile ergeben sich möglicher- weise nicht bei in Gusstechnik hergestellten Rosten. Diese weisen jedoch eine unerwünschte hohe Wärmekapazität auf und können sich bei sich häufig ändernden Temperaturen verziehen. Auch sind die Einsatztemperaturen begrenzt. Als weitere Nachteile sind Kriechneigung sowie große Wand- stärken zu nennen.

Der vorliegenden Erfindung liegt das Problem zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art so weiterzubilden, dass ein verzugsfreies, leicht und ein- fach handhabbares Bauteil mit zumindest einem Kreuzungs- punkt, insbesondere Rost herstellbar ist, das eine Formstabi- lität aufweist und kostengünstig herstellbar ist.

Verfahrensmäßig wird das Problem im Wesentlichen da- durch gelöst, dass ein integraler Faservorformling (Preform) mit gleicher oder im Wesentlichen gleicher Materialstärke und/oder gleichem oder im wesentlichen gleichem Faservol- umengehalt in dem zumindest einen Kreuzungspunkt und an- grenzenden Abschnitten des Bauteils in eine seine End- geometrie vorgebende oder im Wesentlichen vorgebende Form eingebracht, vor oder nach Einbringen in die Form mit einem Monomeren wie Harz oder Polymeren versehen und sodann ausgehärtet wird. Insbesondere ist vorgesehen, dass die Preform zum Aushärten einer Wärmebehandlung unter- zogen wird. Sodann kann ein so hergestellter Grünling pyro- lysiert werden. – Dabei erfolgt das Aushärten des Faservor- formlings in der Form und das Pyrolysieren wie Carbonisie- ren und/oder Graphitieren außerhalb der Form.

Insbesondere wird ein Faservorformling verwendet, der als Fasern Rovingsstränge oder Faserbänder aus Natur-, Glas-, Aramid-, Kohlenstoff und/oder Keramikfasern auf- weist. Als Harz selbst wird insbesondere ein phenolstämmi- ges Harz wie insbesondere Resol verwendet. Auch wenn be- vorzugterweise die Preform mit Harz imprägniert bzw. ge- tränkt wird, wobei ein phenolstämmiger Harz hervorzuhel-

ben ist, besteht auch die Möglichkeit, dass man neben den Verstärkungsfasern Polymerfasern, die die Matrices bilden, wie z. B. Thermoplastfasern wie PEEK-Fasern, PPS-Fasern, PA-Fasern, PE-Fasern oder PP-Fasern benutzt.

Des Weiteren ist darauf hinzuweisen, dass die erfindungs- gemäßige Lehre auch zur Herstellung von Bauteilen bestimmt ist, die aus faserverstärktem Kunststoffmaterial bestehen. Die benutzte Preform kann einem Kalt- oder Wärmehärten unterzogen werden. Entsprechende aus faserverstärktem Kunststoff bestehende Bauteile können des Weiteren zumin- dest carbonisiert, aber auch carbonisiert und graphitiert wer- den, so dass Bauteile aus faserverstärktem Kohlenstoff bzw. Graphit zur Verfügung stehen. Als bevorzugte Verstär- kungsfasern sind keramische Fasern wie SiC-Fasern oder Kohlenstofffasern zu nennen.

Mit anderen Worten sind mit der erfindungsgemäßen Lehre sowohl faserverstärkte Kunststoffbauteile als auch fa- serverstärkte Kohlenstoffbauteile herstellbar, die sich insbe- sondere durch ihre Hochtemperaturbeständigkeit auszeich- nen.

Die Faservorformlinge werden insbesondere nach der Tailored Fiber Placement-Technologie (TFP-Technologi) hergestellt. Dabei werden von einer Spule abgewickelter Fasermaterial derart verlegt und mit Nähfäden verbunden, dass eine Preform gewünschter Geometrie zur Verfügung steht, wobei durch mehrmaliges Übereinandernähen verschiedene Materialdicken möglich sind.

Preformen, die in der TFP-Technologie hergestellt und Kreuzungspunkte wie Knoten aufweisen, zeigen den Vor- teil, dass das Faservolumen über die gesamte Preform gleich oder im Wesentlichen gleich ist, sofern Endlosfasern als Verstärkungsfasern benutzt werden. Mit anderen Worten ist das Volumen in dem Kreuzungspunkt bzw. Knoten in etwa gleich den die Kreuzungspunkte bzw. Knoten verbindenden Stegen. Hierin ist ein hervorzuhebender Vorteil gegenüber dem nach dem Stand der Technik hergestellten Bauteilen aus Endlosfasern zu sehen, bei denen in den Kreuzungs- bzw. Knotenpunkten ein deutlich erhöhtes Faservolumen, normalerweise doppelt so hoch, vorliegt.

Als Verstärkungsfasern selbst eignen sich insbesondere Cowoven-Fasern, Sitewoven-Fasern, Comingled-Fasern, Intermingled-Fasern, abgemischte Stapelfasergarne, um- windgesponnene Fasern und sonstige hinlänglich bekannte Endlosfasern.

Auch besteht die Möglichkeit die Preformen im Tow-Pla- cement-Verfahren mit angepasster Fertigpresstechnik oder in Resin-Transfer-Molding-Technik (RTM-Technik) herzu- stellen.

Durch die an und für sich bekannten Herstellungsverfah- ren ergibt sich eine Preform, die eine Gitterform aufweisen kann, wobei aufgrund des Verlegens der Verstärkungsfasern und deren Vernähen in den Kreuzungspunkten eine Materi- aldicke erzielbar ist, die der zwischen den Kreuzungspun- ten entspricht. Eine so hergestellte Preform wird sodann mit Harz imprägniert und in einen Stempel eines Presswerkzeu- ges eingebracht, der seinerseits Formnester aufweist, die der Geometrie der Preform und damit der Endform entspricht. Die Nester selbst sind mit flexiblen Elementen begrenzt, so dass ungeachtet des beim Aushärten erfolgenden Schrump- fens ein Lösen der ausgehärteten Preform (Grünling) durch Druckeinwirkung auf die flexiblen Elementen möglich ist. Während des Aushärtens wirkt auf die Preform ein weiterer Stempel, der der Negativform der die Preform aufnehmen- den Nester entspricht. Dabei handelt es sich vorzugsweise um einen aus Metall wie Stahl bestehenden Stempel.

Der so ausgehärtete Grünling wird sodann bei einer Tem- peratur  $T_1$  mit  $500^\circ\text{C} \leq T_1 \leq 1450^\circ\text{C}$ , insbesondere  $900^\circ\text{C} \leq T_1 \leq 1200^\circ\text{C}$  carbonisiert bzw. bei einer Temperatur  $T_2$

mit  $1500^{\circ}\text{C} \leq T_2 \leq 3000^{\circ}\text{C}$ , insbesondere  $1800^{\circ}\text{C} \leq T_2 \leq 2500^{\circ}\text{C}$  graphitisiert.

Eine Vorrichtung zu Herstellung eines aus Faserverbundmaterial bestehenden Bauteils der eingangs genannten Art zeichnet sich insbesondere dadurch aus, dass einer der Stempel des Presswerkzeuges Formnester zur Aufnahme von Faserverbundmaterial aufweist, die von flexiblen, einem Schrumpfen des Faserverbundmaterials beim Erwärmen folgenden Elementen begrenzt sind, und dass der andere Stempel eine Geometrie aufweist, die den Nestern angepasst ist. Insbesondere ist vorgesehen, dass die Nester durch sich kreuzende Aufnahme für das Faserverbundmaterial gebildet werden, die von den jeweils eine quaderförmige Geometrie aufweisenden flexiblen Elementen begrenzt sind. In diesem Fall weist der in die Nester eingreifende bzw. auf diese ausgerichtete weitere Stempel eine gitterförmige Geometrie auf. Der Stempel selbst besteht vorzugsweise aus Metall wie Stahl.

Weitere Einzelheiten, Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich nicht nur aus den Ansprüchen, den diesen zu entnehmenden Merkmalen – für sich und/oder in Kombination –, sondern auch aus der nachfolgenden Beschreibung von der Zeichnung zu entnehmenden bevorzugten Ausführungsbeispielen.

Es zeigen:

Fig. 1 einen gitterförmigen Faservorformling,

Fig. 2 ein aus dem Faservorformling nach Fig. 1 hergestelltes Gitter und

Fig. 3 Elemente eines Presswerkzeuges zur Herstellung eines Grünlings aus dem Faservorformling nach Fig. 1.

In den nachstehend beschreibenden Ausführungsbeispielen wird ein Faserverbund-Bauteil in Form eines Gitters 10 erläutert, ohne dass hierdurch eine Beschränkung der erfindungsgemäßen Lehre erfolgen soll. Vielmehr erstreckt sich dieses auf alle Anwendungsfälle eines nach dem erfindungsgemäßen Verfahren herzustellenden Faserverbund-Bauteils, insbesondere bestimmt zum Einsatz in Hochtemperatur-ofen- und -anlagenbau, Härtereitechnik, Sintertechnik, als Kolonnenböden für chemische Reaktoren, Kernmaterial für Sandwichstrukturen oder Chargenträgersysteme.

Um ein entsprechendes Bauteil 10 auch in seinen Kreuzungspunkten 12 mit einer Dicke zur Verfügung zu stellen, die nicht von der in den angrenzenden Bereich, also Stegen 14, 16 abweicht, wird ein Faservorformling, eine sogenannte Preform 18 benutzt, die nach der Tailored Fiber Placement-Technologie (TFP-Technologie) oder einem entsprechenden Verfahren hergestellt werden kann. Hierzu werden Verstärkungsfasern wie Rovingstränge und/oder Faser bzw. Faserbänder aus Natur-, Glas-, Aramid-, Polymer-, Kohlenstoff oder Keramikfasern entsprechend der gewünschten Geometrie verlegt und vernäht, wobei die Fasern in den Kreuzungspunkten 12 derart verlegt werden, dass sich eine Dicke bzw. ein Querschnitt ergibt, der den angrenzenden Abschnitten 14, 16 entspricht.

Auch besteht die Möglichkeit, die Preformen im Tow-Placement-Verfahren mit angepasster Fertigpresstechnik oder im Resin-Transfer-Molding (RTM)-Technik herzustellen.

Unabhängig von zur Anwendung gelangten Verfahren weist die Preform 18 eine im Wesentlichen gleichbleibende Dicke über die gesamte von ihr aufgespannte Fläche auf. Sodann wird die so hergestellte Preform 18 in einen Unterstempel 20 eines Presswerkzeuges eingelegt, und zwar in Nestern 22, die durch sich kreuzende Aufnahmen gebildet werden und einen Geometrieverlauf aufweisen, die der der Preform 18 entspricht. Die Aufnahmen 22 werden von flexiblen Elementen 24 begrenzt, die eine quaderförmige Geometrie aufweisen. Hierzu gehen die flexiblen quaderförmigen

Elemente 26 von einer aus Metall bestehenden Basisplatte 24 aus, die derart zueinander angeordnet und beabstandet sind, dass sich eine Nestergeometrie ergibt, die der Preform 18 und damit in etwa der Endgeometrie des Faserverbund-Bauteils 10 entspricht.

Bevor die Preform 18 in den Unterstempel 20 eingebracht wird, trinkt bzw. imprägniert man die Preform 18 mit Harz, insbesondere einem phenolstämmigen Harz. Alternativ oder ergänzend kann man neben den Verstärkungsfasern Polymerfasern benutzen, die die Matrices bilden, also die Funktion des Harzes ausüben. Als Polymerfasern kommen z. B. Thermoplastfasern wie PEEK-Fasern, PPS-Fasern, PA-Fasern, PE-Fasern oder PP-Fasern in Frage.

Ist die Preform 18 in den Unterstempel 20 eingebracht, so werden aufgrund der Geometrie des Ausführungsbeispiels ein einem Gitter entsprechender Oberstempel 28 auf die Aufnahmen 22 ausgerichtet und sodann Unterstempel 20 und Oberstempel 28 geschlossen, um die Preform 18 mit dem erforderlichen Druck zu beaufschlagen. Gleichzeitig erfolgt eine Wärmebehandlung derart, dass ein Aushärten der mit dem Harz imprägnierten Preform 18 oder ein Schmelzen der Thermoplastfasern erfolgt. Da beim Aushärten ein Schrumpfen der Preform möglich ist, umgeben die Stege 14, 16 die Elemente 26 des Unterstempels 20 klemmend. Da jedoch die Elemente 26 flexibel ausgebildet sind, müssen diese zum Entfernen der ausgehärteten Preform 18, also des Grünlings nur im erforderlichen Umfang zusammengedrückt werden, um den Grünling aus dem Unterstempel 20 zu entfernen.

Sodann erfolgt im gewünschten Umfang ein Carbonisieren bzw. Graphitieren des Grünlings, um ein Faserverbund-Bauteil 10 entsprechend der Darstellung der Fig. 2 zu erhalten. Dabei weist erwähnenswerten jeder Kreuzungspunkt 12 eine Dicke auf, die der der Stege 14, 16 entspricht. Dies wiederum bedeutet, dass das Gitter 10 eine Fläche mit ebener Oberfläche aufspannt, so dass ein gewünschter Einsatz insbesondere z. B. als Boden möglich ist.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines zumindest einen Kreuzungs- oder Knotenpunkt aufweisenden Faserverbund-Bauteils, dadurch gekennzeichnet, dass ein integraler Faservorformling (Preform) mit gleicher oder im Wesentlichen gleicher Materialstärke und/oder gleichem oder im wesentlichen gleichem Faservolumengehalt in dem zumindest einen Kreuzungs- oder Knotenpunkt und angrenzenden Abschnitten des Bauteils in eine dessen Endgeometrie vorgebende Form eingebracht, vor oder nach dem Einbringen in die Form mit einem Monomeren oder Polymeren versehen und dann ausgehärtet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der ausgehärtete Faservorformling (Grünling) pyrolysiert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der insbesondere mit einem Harz und/oder zumindest einer Polymerfaser als Matrices zum Härten einem Wärmeprozess unterzogen wird.
4. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Faservorformling vor Einbringen in die Form mit dem Monomeren wie Harz oder Polymeren versehen wie imprägniert und/oder in der Form dem Wärmeprozess unterzogen wird.
5. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die mit dem Harz imprägnierte Preform während der Wärme-

behandlung zwischen einem Unterstempel und einem Oberstempel eines Presswerkzeuges angeordnet wird, wobei einer der Stempel Umfangsendgeometrie der wärmebehandelten Preform (Grünling) vorgebende von flexiblen Elementen begrenzte Formnester aufweist.

6. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zum Entfernen des Grünlings aus den Formnestern die flexiblen Elemente verformt werden.

7. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Faservorformling aus Verstärkungsfasern wie Rovingsträngen und/oder Fasern bzw. Faserbändern aus Natur-, Glas-, Aramid-, Polymer-, Kohlenstoff- und/oder Keramikfasern besteht.

8. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Harz ein phenolstämmiges Harz verwendet wird.

9. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die den Faservorformling bildenden Fasern zur Erzielung einer gewünschten den zumindest einen Kreuzungspunkt aufweisenden Form vernäht werden.

10. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Grünling bei einer Temperatur  $T_1$  mit  $500^\circ\text{C} \leq T_1 \leq 1450^\circ\text{C}$ , insbesondere  $900^\circ\text{C} \leq T_1 \leq 1200^\circ\text{C}$  carbonisiert wird.

11. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Grünling bei einer Temperatur  $T_2$  mit  $1500^\circ\text{C} \leq T_2 \leq 3000^\circ\text{C}$ , insbesondere  $1800^\circ\text{C} \leq T_2 \leq 2500^\circ\text{C}$  graphitiert wird.

12. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Verstärkungsfasern Endlosfasern verwendet werden.

13. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Verstärkungsfasern Cowoven-Fasern, Sitewoven-Fasern, Comingled-Fasern, Intermingled-Fasern, abgemischte Stapelfasergarne, umwindgesponnene Fasern verwendet werden.

14. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass den Verstärkungsfasern Polymerfasern als Matrices zugegeben werden.

15. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Polymerfasern insbesondere Thermoplastfasern wie PEEK-Fasern, PPS-Fasern, PA-Fasern, PE-Fasern oder PP-Fasern verwendet werden.

16. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung eines integralen Gitters gleichbleibender Höhe als Bauteil.

17. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung eines Bauteils aus faserverstärktem Kohlenstoff.

18. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung eines Bauteils aus faserverstärktem Kunststoffmaterial.

19. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein aus faserverstärktem Kunststoffmaterial bestehender Grünling carbonisiert und/oder graphitiert wird.

20. Vorrichtung zur Herstellung eines aus Faserverbundmaterial bestehenden Bauteils (10), umfassend Unter- und Oberstempel (20, 28) eines Presswerkzeug-

ges sowie gegebenenfalls eine Wärmequelle, mittels der das Faserverbundmaterial während seiner Druckbeaufschlagung in dem Presswerkzeug erwärmbar ist, dadurch gekennzeichnet, dass einer der Stempel (10) Formnester zur Aufnahme von Faserverbundmaterial (18) in Form eines Faservorformlings (Preform) aufweist, die von flexiblen im erforderlichen Umfang einem Schrumpfen des Faserverbundmaterials folgenden Elementen (26) begrenzt ist, und dass der andere Stempel (28) eine dem Verlauf der Nester folgende Geometrie aufweist.

21. Vorrichtung nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Nester (22) sich durch kreuzende Aufnahmen für das Faserverbundmaterial bzw. der Preform (18) sind, zwischen denen die jeweils eine quaderförmige Geometrie aufweisenden flexiblen Elemente (26) angeordnet sind.

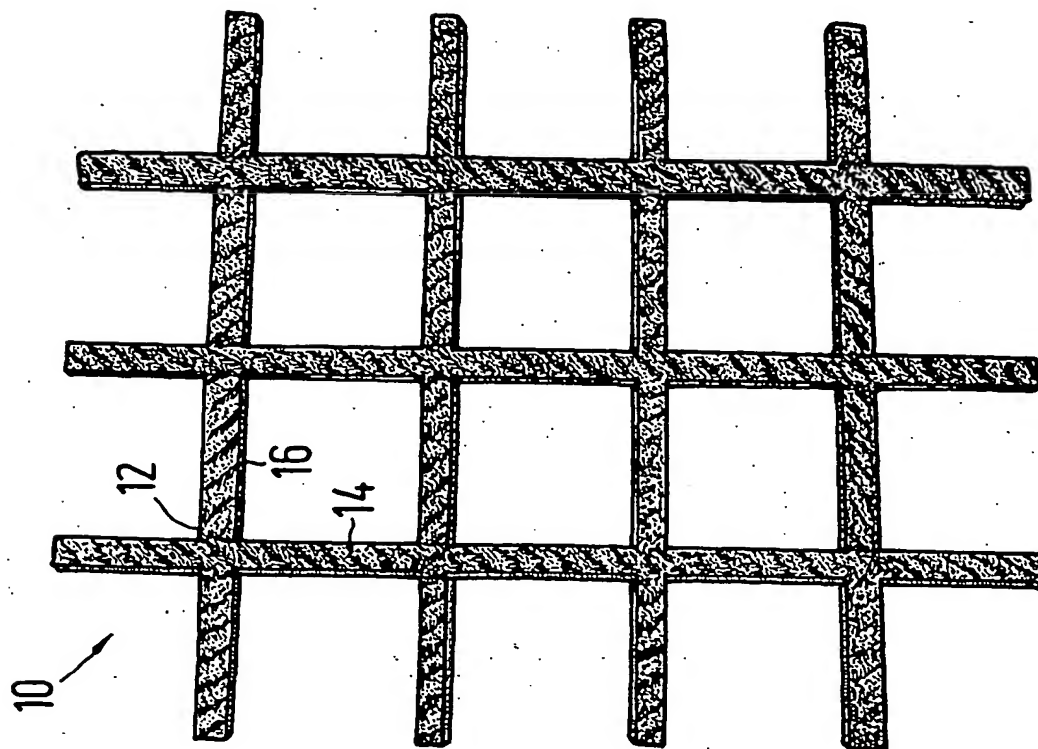
22. Vorrichtung nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der auf die sich kreuzenden Aufnahmen (22) ausrichtbare Stempel (28) eine gitterförmige Geometrie aufweist und insbesondere aus Metall wie Stahl besteht.

23. Bauteil hergestellt nach einem Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche.

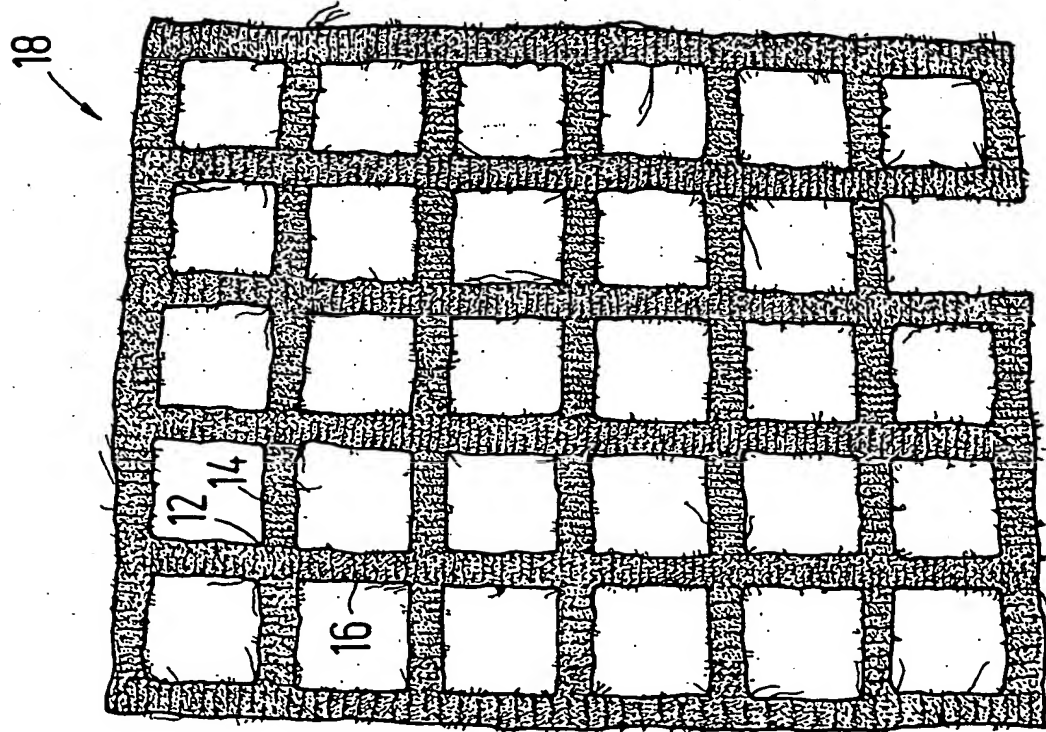
---

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

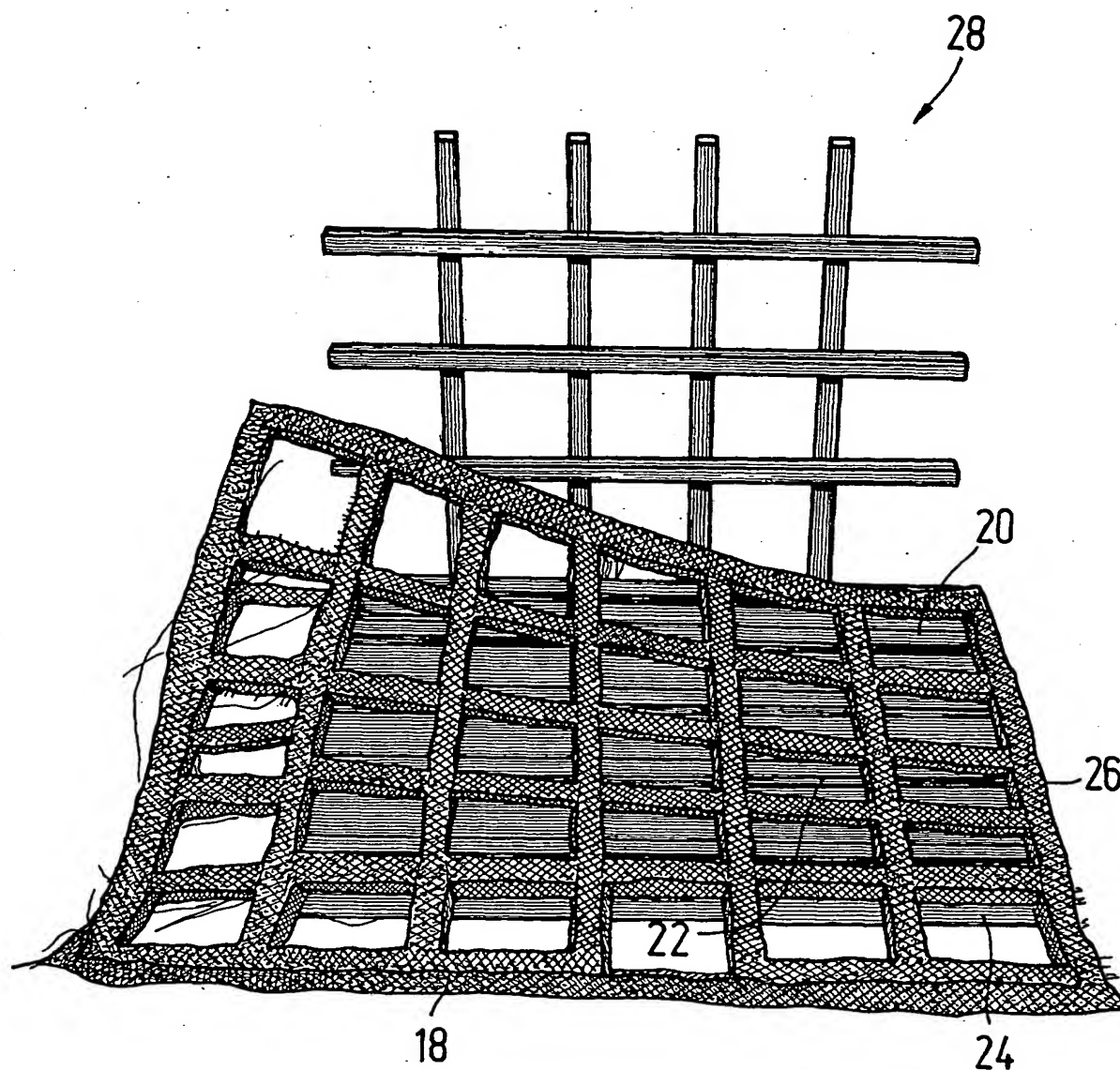
---



**FIG. 2**



**FIG. 1**



**FIG. 3**